

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-003785

(43)Date of publication of application : 09.01.1996

(51)Int.Cl.

C25D 5/38

C23C 14/16

C23C 18/18

C23C 30/00

C25D 5/24

C25D 5/50

(21)Application number : 06-130445

(71)Applicant : MITSUBISHI ELECTRIC CORP

(22)Date of filing : 13.06.1994

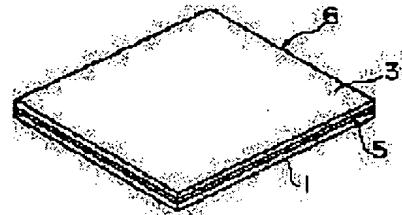
(72)Inventor : OGURA KAZUMASA

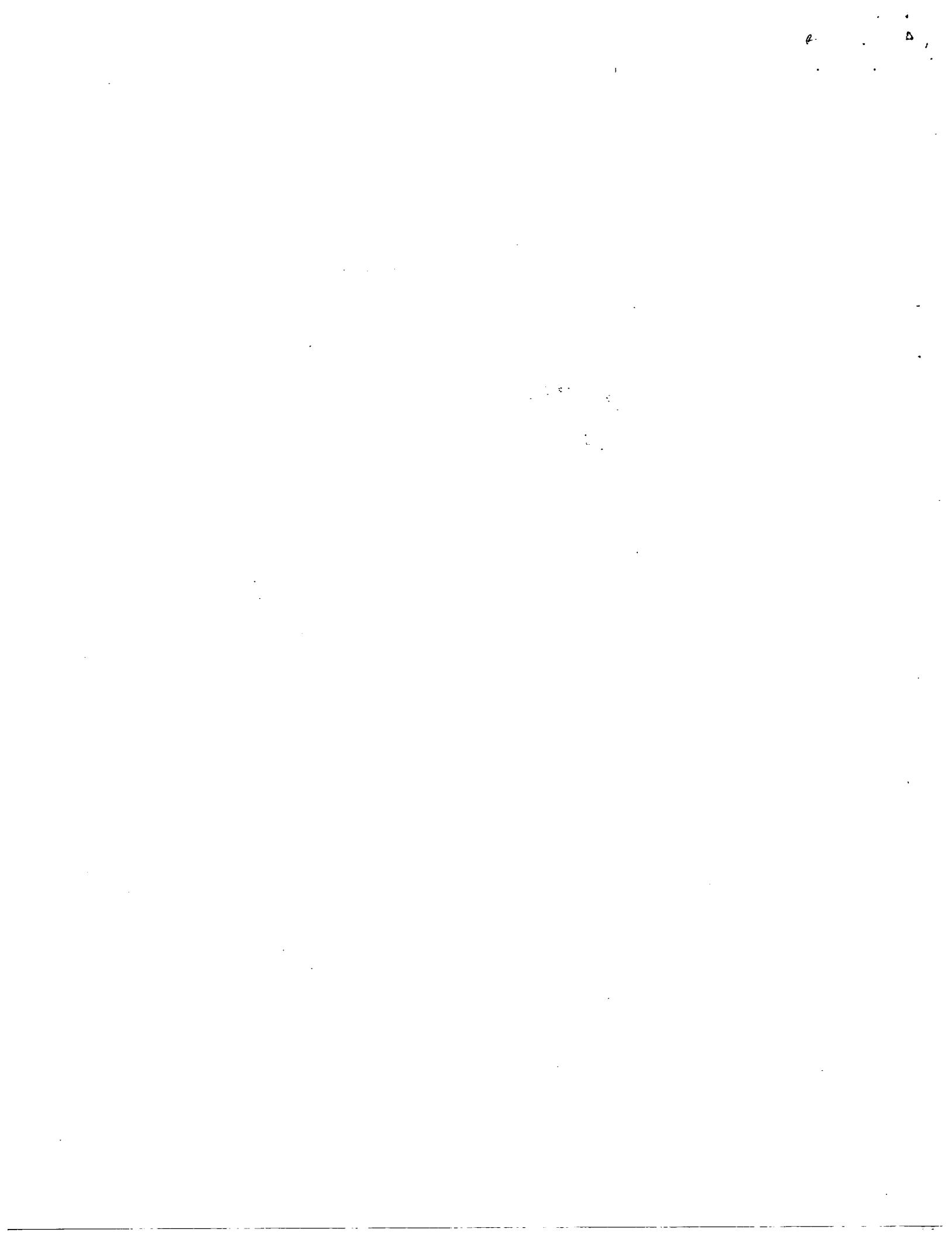
(54) METHOD FOR COATING TITANIUM SURFACE WITH COPPER

(57)Abstract:

PURPOSE: To directly coat a titanium-base with copper by subjecting the surfaces of a blank consisting of the titanium-base metal subjected to surface grinding, ultrasonic washing, pure water washing and drying to coating with substrate copper films copper films and heating in a vacuum atmosphere.

CONSTITUTION: The plate 1 (blank) of Ti or Ti alloy is subjected to surface grinding and is ultrasonically washed by using a surfactant, by which the oxide, stains, etc., of the blank surfaces are removed and the surfaces are activated. Such blank is ultrasonically washed by using pure water and is then subjected to overflow washing with pure water, by which abrasives, the surfactants, removed foreign matter, etc., are washed away from the blank surfaces. The blank is dried in an atmosphere kept at 100 to 150° C and, thereafter, the substrate copper films 5 are formed on the blank in a vacuum atmosphere. The copper films 3 are precipitated and grown thereon in a plating bath, by which the oxidation of the blank surfaces in a film forming process is suppressed and the adhesion property of the substrate copper films 5 onto the blank is improved. Further, this blank is heated at 450 to 600° C in the vacuum atmosphere, by which thermal diffusion is induced at the respective boundaries of the blank 1, the substrate copper films 5 and the copper films 3, and the adhesion property is improved.





(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-3785

(43)公開日 平成8年(1996)1月9日

(51)Int.Cl.⁸

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 25 D 5/38

C 23 C 14/16

18/18

30/00

C 25 D 5/24

Z 8939-4K

B

審査請求 未請求 請求項の数1 O.L (全4頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平6-130445

(22)出願日

平成6年(1994)6月13日

(71)出願人: 000006013

三菱電機株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目2番3号

(72)発明者: 小倉一正

尼崎市塚口本町8丁目1番1号 三菱電機

株式会社通信機製作所内

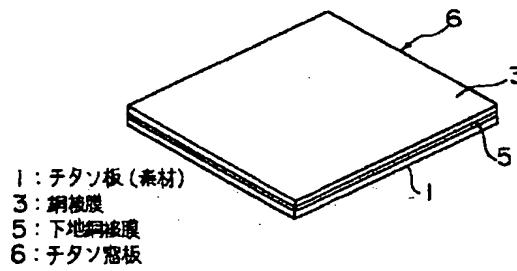
(74)代理人: 弁理士 曾我道照 (外6名)

(54)【発明の名称】チタン表面への銅被覆方法

(57)【要約】

【目的】この発明は、チタンあるいはチタン合金からなる素材に密着性を確保しつつ銅を直接被覆できるチタン表面への銅被覆方法を得ることを目的とする。

【構成】チタン板1を表面研磨し、純水を用いてオーバーフロー洗浄をする。そして、純水と界面活性剤との混合溶液を用いて超音波洗浄をする。ついで、純水を用いて、オーバーフロー洗浄、超音波洗浄さらにオーバーフロー洗浄を行い、加熱乾燥する。その後、チタン板1表面にイオンプレーティングにより下地銅被膜5を成膜し、さらに下地銅被膜5上に電解あるいは無電解銅メッキにより銅被膜3を析出成長させる。そして、真空雰囲気中で加熱処理を施し、密着性を向上させる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】チタンあるいはチタン合金からなる素材を表面研磨する工程と、表面研磨された前記素材を界面活性剤を用いて超音波洗浄する工程と、前記素材を純水を用いて超音波洗浄し、その後純水を用いてオーバーフロー洗浄する工程と、洗浄後前記素材を100～150℃の雰囲気で乾燥させる工程と、乾燥後真空雰囲気中で前記素材上に下地銅被膜を成膜する工程と、メッキ浴中で前記下地銅被膜上に銅被膜を析出成長させる工程と、450～600℃の真空雰囲気中で加熱する工程とを備えたことを特徴とするチタン表面への銅被覆方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、チタンあるいはチタン合金の表面に銅を被覆する方法に関し、特に荷電粒子加速器で加速された電子ビームを取り出す窓板に適用されるチタン窓板の製法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、チタンは機械的強度に優れた特性を有していることから、例えば薄板化したチタン板が荷電粒子加速器で加速された電子ビームを取り出す窓板として適用されている。このチタン窓板では、電子ビームが窓板を通過する際に電子の損失が生じ、この電子の損失により熱が発生する。しかしながら、チタンは熱伝導が悪く、電子の損失により発生する熱を速やかに放熱できず、チタン窓板が溶けて穴があいてしまうという不具合があった。

【0003】その改善策として、チタン板に良好な熱伝導の金属、例えば銅を被覆して放熱性を改善したチタン窓板が提案されている。

【0004】一般にチタンは活性な金属であり、その表面は酸化物で覆われている。そのために、脱脂、酸洗いなどの前処理を施した後、これに電解銅メッキを施しても、極めて密着性が悪く実用にならない。そこで、図4に示すように、チタン板1の表面に一旦無光沢ニッケルメッキを施して下地メッキ被膜2を被覆し、その後電解銅メッキを施して銅被膜3を被覆してチタン窓板4を作成している。このように構成された従来のチタン窓板4は、チタン板1上に良好な熱伝導の銅被膜3が被覆されているので、放熱効果が改善され、電子ビームにより穴があくことが防止されている。なお、下地メッキ被膜2としては、チタンとの密着性が良好な金属であることが必要で、ニッケルメッキの他には、例えばクロムメッキが用いられる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来のチタンへの銅被覆方法は以上のように、密着性のよい下地メッキ被膜2をチタン板1表面に被覆した後、銅被膜3を被覆しており、チタン板1表面に銅被膜3を直接被覆できないという課題があった。したがって、銅被膜3が被覆されたチ

タン窓板4を荷電粒子加速器のビーム取り出し用の窓板として適用した場合には、ニッケル、クロム等の下地メッキ被膜2が電子ビームの通過を妨げたり、熱伝導を低下させてしまうという不具合があった。

【0006】この発明は、上記のような課題を解決するためになされたもので、チタンあるいはチタン合金表面に直接銅被膜を被覆できるチタン表面への銅被覆方法を得ることを目的とする。

【0007】

10 【課題を解決するための手段】この発明に係るチタン表面への銅被覆方法は、チタンあるいはチタン合金からなる素材を表面研磨する工程と、表面研磨された素材を界面活性剤を用いて超音波洗浄する工程と、素材を純水を用いて超音波洗浄し、その後純水を用いてオーバーフロー洗浄する工程と、洗浄後素材を100～150℃の雰囲気で乾燥させる工程と、乾燥後真空雰囲気中で素材上に下地銅被膜を成膜する工程と、メッキ浴中で下地銅被膜上に銅被膜を析出成長させる工程と、450～600℃の真空雰囲気中で加熱する工程とを備えたものである。

【0008】

【作用】この発明においては、表面研磨および界面活性剤を用いた超音波洗浄により、素材表面の酸化物、汚れ等が除去され、素材表面の活性化がはかられる。そして、純水を用いた超音波洗浄およびオーバーフロー洗浄により、素材表面から研磨材、界面活性剤、除去異物等が洗い流される。ついで、真空雰囲気中で下地銅被膜が成膜され、成膜過程における素材表面の酸化が抑えられ、素材への下地銅被膜の密着性が向上される。さらに、下地銅被膜上に銅被膜が被覆された後、真空雰囲気中で加熱処理されることにより、素材、下地銅被膜および銅被膜のそれぞれの境界で熱拡散が起こり、密着性が向上される。

【0009】

【実施例】以下、この発明の実施例を図について説明する。図1はこの発明の一実施例に係るチタン表面への銅被覆方法で製作されたチタン窓板を示す斜視図であり、図において図4に示した従来のチタン窓板と同じまたは相当部分には同一符号を付し、その説明を省略する。図4において、5はチタン板1表面に被覆された下地銅被膜、6はチタン板1表面に下地銅被膜5および銅被膜3が積層されて構成されたチタン窓板である。

【0010】つぎに、この実施例によるチタン窓板6の製作方法について説明する。まず、チタンあるいはチタン合金からなる素材としてのチタン板1（例えば0.030mm厚）上に純水（導電率：約 $1\mu S/cm$ ）を流しながらスコッチブライト（研磨材）でチタン板1の表面を研磨する。表面研磨後は、次の工程までチタン板1を乾燥させないように純水中に保管しておく。つぎに、表面研磨されたチタン板1を純水にて3分以上オ-

バーフロー洗浄して、研磨材、除去異物を洗い流す。ついで、純水と界面活性剤、例えばセミコクリーン56（フルウチ化学製）との混合溶液にて5分以上超音波洗浄する。その後、チタン板1を純水にて3分以上オーバーフロー洗浄し、純水にて3分以上超音波洗浄し、さらに純水にて5分以上オーバーフロー洗浄して、界面活性剤、除去異物等を洗い流す。そして、洗浄されたチタン板1に窒素(N₂)ガスを吹き付けて水切りし、真空炉にて120℃で40分間加熱乾燥する。乾燥後、素早く真空チャンバ内にセットし、チタン板1表面に銅のイオンプレーティングを施し、チタン板1表面に下地銅被膜5を0.00025～0.00030mm厚成膜する。その後、電解メッキあるいは無電解メッキにより下地銅被膜5上に銅被膜3を0.02～0.03mm厚析出成長させる。さらに、メッキ処理後に真空雰囲気中で450～600℃で60分間加熱処理し、密着性を向上させる。

【0011】ここで、この実施例では、通常の脱脂、酸洗い等の前処理を行うことなく、純水を用いてチタン板1の表面研磨および洗浄を行っているので、イオンプレーティングに供されるチタン板1に密着性の低下に起因する薬品の付着がなく、チタン板1への下地銅被膜5の密着性が向上される。また、洗浄後真空炉内でチタン板1を加熱乾燥しているので、チタン板1表面の酸化が抑えられる。また、イオンプレーティングによりチタン板1に下地銅被膜5を成膜しているので、イオンポンバードによりチタン板1表面の酸化物等の除去がなされてチタン板1表面が清浄化および活性化され、さらには銅の蒸発粒子がイオン化され、イオン化された銅の蒸発粒子が加速され、下地銅被膜5はチタン板1表面に良好な密着性をもって成膜される。また、イオンプレーティングによりチタン板1表面に成膜された下地銅被膜5上に電解メッキあるいは無電解メッキにより銅被膜3を析出成長させているので、被メッキ材とメッキ材とが同一材料であり、銅被膜3が下地銅被膜5上に良好な密着性をもって被覆される。したがって、この実施例によれば、チタン板1上にニッケル、クロム等の金属を介すことなく、密着性を確保しつつ銅を直接被覆できる。さらに、メッキ処理後、真空雰囲気中で加熱処理を施しているので、チタン板1、下地銅被膜5および銅被膜3のそれぞれの界面で熱拡散が生じ、密着性を一層向上させることができる。

【0012】つぎに、このようにして作製されたチタン窓板6は、図2および図3に示すように、窓枠10の開口部に配置され、外側から窓押え板11により押え付けられた状態で、ロウ材12にて窓枠10にロウ付け（真空シール）される。この窓枠10には、チタン窓板6を取り囲むように冷却水路13が形成されている。そして、この窓枠10は荷電粒子加速器の真空チャンバ（図示せず）に溶接されて取り付けられる。そこで、荷

電粒子加速器で加速された電子ビームはチタン窓板6を介して取り出される。この時、チタン窓板6を通過する電子の損失による熱は、良好な熱伝導を有する下地銅被膜5および銅被膜3により窓枠10に速やかに伝達される。そして、窓枠10に伝達された熱は冷却水路13を流通される冷却水により冷却される。したがって、このチタン窓板6は、電子の通過を妨げたり、熱伝導を低下させるニッケルやクロム等の金属を介することなく、チタンあるいはチタン合金上に良好な熱伝導を有する銅が被覆されているので、電子ビームにより穴があけられることなく、電子の通過を妨げることがなく、荷電粒子加速器のビーム取り出し用の窓板として適用することができる。

【0013】なお、上記実施例では、下地銅被膜5をイオンプレーティングにより成膜するものとしているが、下地銅被膜5の成膜方法はイオンプレーティングに限らず、チタンが活性な金属であることから真空中で成膜するものであればよい。この時、密着性の点から、イオンプレーティング、イオンビーム蒸着、クラスタイオンビーム蒸着、スパッタリング等の成膜方法が有効である。

【0014】また、チタン窓板6を窓枠10にロウ付けする場合、銅の純度が悪いと、不純物により気泡が発生したり、脆化したりすることが生じる。そこで、銅被膜3として高純度である青化銅を用いるのが望ましい。一方、蒸着材料として高純度の銅材が用いられるので、下地銅被膜5も高純度は保たれている。

【0015】また、上記実施例では、純水を用いて表面研磨および表面研磨後のオーバーフロー洗浄をおこなっているが、純水に変えてアルコール、アセトンを用いてもよい。ただし、表面研磨後のオーバーフロー洗浄以降の工程では、純水に変えてアルコール、アセトンを用いることは、イオンプレーティングにより成膜された被膜の密着性を低下させる要因となってしまう。

【0016】また、上記実施例では、洗浄後チタン板1を真空炉にて加熱乾燥しているが、下地銅被膜5を例えればイオンプレーティングにより成膜する場合には、イオンプレーティングにおけるイオンポンバード処理によりチタン板1表面の酸化膜除去が可能であり、加熱乾燥は必ずしも真空雰囲気中で処理する必要もない。また、加熱温度は、100～150℃が適当である。

【0017】また、上記実施例では、荷電粒子加速器のビーム取り出し用の窓板に適用するチタン窓板6を製作するものとして説明しているが、このように製作された銅被膜3が被覆されたチタン板1は、優れた機械的強度を有するとともに、半田付けが容易であり、ビーム取り出し用の窓板以外にも利用できることはいうまでもないことである。

【0018】

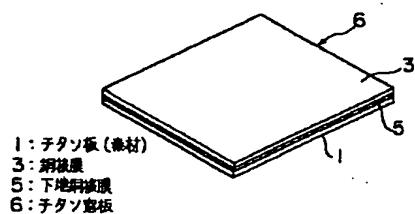
【発明の効果】以上のようにこの発明によれば、チタンあるいはチタン合金からなる素材を表面研磨する工程

と、表面研磨された素材を界面活性剤を用いて超音波洗浄する工程と、素材を純水を用いて超音波洗浄し、その後純水を用いてオーバーフロー洗浄する工程と、洗浄後素材を100～150℃の雰囲気で乾燥させる工程と、乾燥後真空雰囲気中で素材上に下地銅被膜を成膜する工程と、メッキ浴中で下地銅被膜上に銅被膜を析出成長させる工程と、450～600℃の真空雰囲気中で加熱する工程とを備えているので、チタンあるいはチタン合金からなる素材上に銅を密着性を確保しつつ直接被覆することができるチタン表面への銅被覆方法が得られる効果がある。

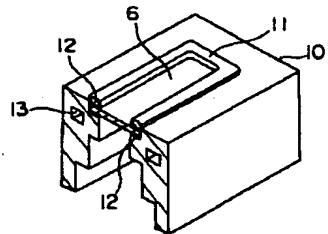
【図面の簡単な説明】

10

【図1】

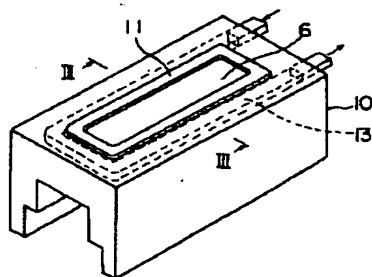


【図3】

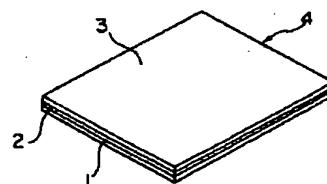


11

【図2】



【図4】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.6

識別記号 執内整理番号

F I

技術表示箇所

C 25 D 5/50